

引用文献 2

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-62422

(43) 公開日 平成8年(1996)3月8日

(51) Int.Cl. ⁸	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
G 0 2 B 5/30				
G 0 2 F 1/1335	5 1 0			

審査請求 未請求 請求項の数10 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号	特願平7-36933	(71) 出願人	000002093 住友化学工業株式会社 大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号
(22) 出願日	平成7年(1995)2月24日	(72) 発明者	清水 朗子 大阪府高槻市塚原2丁目10番1号 住友化学工業株式会社内
(31) 優先権主張番号	特願平6-30070	(72) 発明者	東 浩二 大阪府高槻市塚原2丁目10番1号 住友化学工業株式会社内
(32) 優先日	平6(1994)2月28日	(74) 代理人	弁理士 久保山 隆 (外1名)
(33) 優先権主張国	日本 (J P)		
(31) 優先権主張番号	特願平6-130623		
(32) 優先日	平6(1994)6月13日		
(33) 優先権主張国	日本 (J P)		

(54) 【発明の名称】 位相差フィルム及びその製法

(57) 【要約】

【目的】 新規な位相差フィルムを提供することを目的とする。

【構成】 熱可塑性樹脂フィルムを延伸して得られ、面内のレターデーション値が50～300nmであり、
(面内のレターデーション値) / (厚み方向のレターデーション値) の比が0.5以上1.8以下である位相差フィルムは新規な光学的特性を有し、種々の液晶表示装置の光学補償層として使用できる。

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 面内のレターデーション値が50～300nmであり、(面内のレターデーション値)/(厚み方向のレターデーション値)の比が0.5以上1.8以下である熱可塑性樹脂からなる位相差フィルム。

【請求項2】 熱可塑性樹脂が、ポリカーボネート樹脂またはポリサルフォン樹脂である請求項1記載の位相差フィルム。

【請求項3】 面内のレターデーション値が80～200nmである請求項1記載の位相差フィルム。

【請求項4】 位相差フィルムが、熱可塑性樹脂フィルムを、

①下記温度範囲において予熱し、

$$T_g < T_p \leq (T_g + 100^\circ\text{C})$$

(T_g : 熱可塑性樹脂のガラス転移温度)

(T_p : 予熱温度)

②下記温度範囲において、延伸軸と直交する方向における長さの収縮を起こさないようにした状態で変形速度150%/分～1000%/分、延伸倍率2～3倍で一軸延伸し、

$$T_g < T_s \leq (T_g + 100^\circ\text{C})$$

(T_s : 延伸温度)

③下記温度範囲において熱処理する

$$(T_s - 50^\circ\text{C}) \leq T_{hs} \leq T_s$$

(T_{hs} : 熱処理温度)

ことにより得られたものである請求項1記載の位相差フィルム。

【請求項5】 熱可塑性樹脂フィルムを、

①下記温度範囲において予熱し、

$$T_g < T_p \leq (T_g + 100^\circ\text{C})$$

(T_g : 熱可塑性樹脂のガラス転移温度)

(T_p : 予熱温度)

②下記温度範囲において、延伸軸と直交する方向における長さの収縮を起こさないようにして変形速度150%/分～1000%/分、延伸倍率2～3倍で一軸延伸し、

$$T_g < T_s \leq (T_g + 100^\circ\text{C})$$

(T_s : 延伸温度)

③下記温度範囲において熱処理する

$$(T_s - 50^\circ\text{C}) \leq T_{hs} \leq T_s$$

(T_{hs} : 熱処理温度)

ことを特徴とする、面内のレターデーション値が50～300nmであり、(面内のレターデーション値)/(厚み方向のレターデーション値)の比が0.5以上1.8以下である位相差フィルムの製法。

【請求項6】 熱処理を、延伸軸方向の長さを収縮率10%以下で収縮させながら行う請求項5記載の方法。

【請求項7】 熱可塑性樹脂フィルムが、溶剤キャスト法により得られたものである請求項5記載の方法。

【請求項8】 熱可塑性樹脂が、ポリカーボネート樹脂

2

またはポリサルフォン樹脂である請求項5記載の方法。

【請求項9】 面内のレターデーション値が80～200nmである請求項5記載の方法。

【請求項10】 面内のレターデーション値が50～300nmであり、(面内のレターデーション値)/(厚み方向のレターデーション値)の比が0.5以上1.8以下である熱可塑性樹脂フィルムからなる位相差フィルム1枚または2枚以上と無機層状化合物層からなる位相差フィルム1枚または2枚以上が積層された、(面内のレターデーション値)/(厚み方向のレターデーション値)の比が0.03以上0.3未満である積層位相差フィルム。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は位相差フィルムに関するものである。

【0002】

【従来の技術および発明が解決しようとする課題】 位相差フィルムはSTN型液晶表示装置の光学補償層として一般に使用されているが、近年ではSTN型のみならずそれ以外の方式の液晶表示装置に対する光学補償層としても種々の応用が検討されている。例えば、最近STNおよびTN型液晶表示装置等において、用途に応じて特殊な視野角特性が要求される場合があり、その結果それぞれの用途に応じて種々の光学特性を有する位相差フィルムが必要とされるようになっている。

【0003】 しかし、現状で開発されている位相差フィルムは前述のSTN型液晶表示装置に用いられている一軸配向性に近い特性を持つもの、およびEP-A-0541308号公報に記載されているような面内の屈折率と厚み方向の屈折率が異なる無機層状化合物層からなる完全二軸配向性に近い特性を有する位相差フィルムの2種に限られ、たとえそれらを組み合わせてもこの2種の位相差フィルムの中間の特性を有するような位相差フィルムはこれまで開発されていなかった。

【0004】 また、ユーロディスプレイ'93の予稿集p. 149においては、ベンド配向型のOCBモードの液晶表示装置(π セル)に対する光学補償層として、 $n_x = 1.618$ 、 $n_y = 1.606$ 、 $n_z = 1.49$ 3、フィルム厚み9.296 μm という屈折率構造を有する位相差フィルムが有効であろうとのシミュレーションがなされている。これから計算される位相差フィルムの面内レターデーション値は112nm、(面内のレターデーション値)/(厚み方向のレターデーション値)の比は0.101である。

【0005】 しかし、これまでSTN型液晶表示装置に用いられてきた位相差フィルムは一軸配向性のため、(面内のレターデーション値)/(厚み方向のレターデーション値)の比が2.0以上であり、一方、EP-A-0541308号公報に記載されているような面内の

3

屈折率と厚み方向の屈折率が異なる無機層状化合物層からなる位相差フィルムでは面内のレターデーションが0～50nmのものしか得られないため、現在量産可能な位相差フィルムとして開発されているものからは例えば上記のπセルの光学補償層として使用可能な特性を有する位相差フィルムを得ることはできない。このため、従来とは異なる光学特性を有する位相差フィルムの開発が必要であり、特に軽量の熱可塑性樹脂を用いた位相差フィルムの開発、及びかかる位相差フィルムを効率的にしかも工業的にも有利に製造する方法の開発が望まれている。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記課題を解決するために検討を行なった結果、面内のレターデーション値が50～300nmであり、（面内のレターデーション値）／（厚み方向のレターデーション値）の比が0.5以上1.8以下なる光学特性を有する位相差フィルムの開発に成功し本発明に到達した。さらに、この面内のレターデーション値が50～300nmであり、（面内のレターデーション値）／（厚み方向のレターデーション値）の比が0.5以上1.8以下なる光学特性を有する位相差フィルムと無機層状化合物層からなる位相差フィルムが積層された（面内のレターデーション値）／（厚み方向のレターデーション値）の比が0.03以上0.3未満である積層位相差フィルムの開発に成功し本発明に到達した。

【0007】すなわち本発明は、面内のレターデーション値が50～300nmであり、（面内のレターデーション値）／（厚み方向のレターデーション値）の比が0.5以上1.8以下である熱可塑性樹脂フィルムからなる位相差フィルムおよびその製法、更には該位相差フィルム1枚または2枚以上と無機層状化合物層からなる位相差フィルム1枚または2枚以上とが積層された（面内のレターデーション値）／（厚み方向のレターデーション値）の比が0.03以上0.3未満である積層位相差フィルムに関するものである。

【0008】熱可塑性樹脂としては、透明性に優れているものが好ましく用いられる。例えば、ポリカーボネート系樹脂、2酢酸セルロース、ポリビニルアルコール、ポリサルフォン、ポリエーテルサルフォン、ポリアリレート、等が挙げられる。中でもポリカーボネート系樹脂、ポリサルフォンが更に好ましい。

【0009】熱可塑性樹脂フィルムとしては通常、溶剤キャスト法を用いて製造されたものが用いられる。熱可塑性樹脂フィルムの厚みは、例えば50～300μmであり、好ましくは100～200μmである。本発明の位相差フィルムは例えば、以下の方法で製造できる。

【0010】溶剤キャスト法により製造された熱可塑性樹脂フィルムは、予熱部、延伸部、熱処理部を連続して備えたテンター内において、予熱、一軸延伸及び熱処理

4

が連続して施される。まず、予熱とは、次の延伸処理において良好に延伸できるよう予め熱可塑性樹脂フィルムを加熱により軟化させておく処理を言う。装置内に導入された熱可塑性樹脂フィルムは、 $T_g < T_p \leq (T_g + 100^\circ\text{C})$ （但し、 T_g は熱可塑性樹脂のガラス転移温度を示し、 T_p は予熱温度を示す）で予熱されるが、予熱時間は樹脂を必要なだけ軟化させかつ必要以上の変形を抑制するために通常は0.1分～1分間が好ましい。

【0011】次いで、予熱されたフィルムは延伸部に導入され、 $T_g < T_s \leq (T_g + 100^\circ\text{C})$ （但し、 T_s は延伸温度を示す。）で、延伸軸と直交する方向の収縮を起こさないようにした状態で、変形速度150%/分～1000%/分、延伸倍率2～3倍でフィルムの進行方向と直交する方向へ横一軸延伸される。ここで、延伸温度、変形速度、延伸倍率は、原反として用いる熱可塑性樹脂フィルムの種類、厚み、および必要とされる位相差フィルムの面内のレターデーション値、（面内のレターデーション値）／（厚み方向のレターデーション値）の比の値、厚み等により適宜選択される。例えば、ポリカーボネートフィルムを用いる場合には、延伸温度は190～220℃、変形速度は150～600%/min、延伸倍率2～3倍とするのが好ましい。一般的には、延伸温度を低下させるか、変形速度を上昇させる、あるいは延伸倍率を増加させると面内のレターデーション値は増加する傾向があり、また、延伸倍率を増加させることにより（面内のレターデーション値）／（厚み方向のレターデーション値）の比の値は大きくなる傾向がある。

【0012】さらに、一軸延伸されたフィルムは熱処理部に導入され、フィルムの配向を固定する等の目的で延伸後のチャック幅（延伸軸方向の幅）を保った状態で、 $(T_s - 50^\circ\text{C}) \leq T_{hs} \leq T_s$ （但し、 T_{hs} は熱処理温度を示す。）で、0.1分～1分間保温される。この保温を通常、熱処理と称する。このとき、必要な場合にはフィルムを延伸軸方向に0～10%の範囲で収縮させてもよい。収縮させるには例えば、チャック幅を所要の収縮率となるように狭めればよい。前記したテンターによる予熱、一軸延伸及び熱処理の連続処理方法以外で行うこともできるが、工業的な製造においてはテンターを用いる方法が好ましい。

【0013】得られる位相差フィルムの面内のレターデーション値は50nm～300nmであり、（面内のレターデーション値）／（厚み方向のレターデーション値）の比は0.5以上1.8以下であり、従来の位相差フィルムとは全く異なる光学特性を有している。

【0014】面内のレターデーション値および（面内のレターデーション値）／（厚み方向のレターデーション値）の比の値は、位相差フィルムの用途により適宜選択される。面内のレターデーション値は、好ましくは80nm～200nmであり、厚み方向のレターデーション

5

値は、好ましくは45nm～400nmである。位相差フィルムの厚みは、ハンドリング性の点から好ましくは50～150μmである。

【0015】本発明の位相差フィルムは、単独もしくは他の位相差フィルムと組み合わせて種々の液晶表示装置の光学補償層として使用することができる。例えば、EP-A-0541308号公報に記載されている、面内の屈折率と厚み方向の屈折率が異なる無機層状化合物層からなり、面内のレターデーション値が0～50nmであり、厚み方向のレターデーション値が50nm～1000nmの位相差フィルムと組み合わせて用いることができる。

【0016】無機層状化合物層からなる位相差フィルムは、例えば、EP-A-0541308号公報に記載されているように無機層状化合物を溶媒に膨潤または分散させた後、塗布、乾燥させることにより得ることができる。無機層状化合物としては、例えば、粘土鉱物を用いることができる。好ましくは、化学合成され不純物の少ないナトリウム4珪酸雲母やスメクタイト族であり、スメクタイト族に属するものとしては、モンモリロナイト、バイデライト、ノントロナイト、サボナイト、ヘクトライト、ソーコナイトおよびそれらと類似の結晶構造を持つ化学合成品等が例示できる。無機層状化合物を膨潤又は分散させるために用いる溶媒としては、例えば、ジメチルホルムアミド、ジメチルスルホキシド、ニトロメタン、水、メタノール、エチレングリコール等から適宜選択して用いることができる。

【0017】無機層状化合物層を形成するにあたっては、EP-A-0541308号公報に記載されているように製膜性の向上及び無機層状化合物層の割れ防止等の力学的性質の向上のために、無機層状化合物の分散液に光学的に透明な親水性樹脂を混合しておくことが好ましく、無機層状化合物／光学的に透明な樹脂の体積比は、例えば、0.1～1.0程度である。光学的に透明な親水性樹脂としては、例えば、ポリビニルアルコールが挙げられる。また、光学的に透明な樹脂フィルム上に無機層状化合物層を形成させることによって、光学的に透明な樹脂フィルムで補強された無機層状化合物層からなる位相差フィルムとすることもできる。本発明においてはかかる態様をも無機層状化合物層からなる位相差フィルムと言う。

【0018】本発明の位相差フィルムと無機層状化合物層からなる位相差フィルムを積層する方法としては特に限定されないが、例えば、本発明の位相差フィルム上に直接無機層状化合物層を形成させて積層する方法、あるいはEP-A-0541308号公報に記載されているような光学的に透明な基板上に無機層状化合物層が形成された無機層状化合物層からなる位相差フィルムと、本発明の位相差フィルムとを接着剤あるいは粘着剤等により貼合する方法等を用いることができる。積層する各々

6

の位相差フィルムの枚数、および各々の位相差フィルムの光学特性、すなわち面内のレターデーションおよび（面内のレターデーション値）／（厚み方向のレターデーション値）の比の値等は、積層位相差フィルムとして最終的に必要とされる光学特性に応じて適宜選択される。

【0019】また、透明基板上に無機層状化合物層が形成された無機層状化合物層からなる位相差フィルム1枚または2枚以上と、本発明の位相差フィルム1枚または2枚以上の積層にあたり、該無機層状化合物層からなる位相差フィルムが面内のレターデーションを有する場合には、最終的に必要とされる積層位相差フィルムの光学特性に応じて、該無機層状化合物層からなる位相差フィルムの各々の遅相軸と本発明の位相差フィルムの各々の遅相軸を互いに平行あるいは直交するように積層することにより、最終的に必要とされる光学特性に合うよう調節することができる。本発明の位相差フィルム1枚または2枚以上と無機層状化合物層からなる位相差フィルム1枚または2枚以上とを積層した積層位相差フィルムは、（面内のレターデーション値）／（厚み方向のレターデーション値）の比が0.03以上0.3未満の光学補償層として用いることができる。

【0020】

【発明の効果】本発明の位相差フィルムは、面内のレターデーション値が50～300nmであり、（面内のレターデーション値）／（厚み方向のレターデーション値）の比が0.5以上1.8以下という新規な光学特性を有しており、単独もしくは他の位相差フィルムと組み合わせて種々の方式の液晶表示装置に対する光学補償層として用いることができる。さらに、本発明の位相差フィルム1枚または2枚以上と無機層状化合物層からなる位相差フィルム1枚または2枚以上とを積層した積層位相差フィルムは、（面内のレターデーション値）／（厚み方向のレターデーション値）の比が0.03以上0.3未満の光学補償層として用いることができる。また本発明方法により、上記の位相差フィルムを効率的かつ安定的にしかも量産性よく、即ち工業的にも極めて有利に製造することができる。

【0021】

【実施例】以下実施例により本発明を詳細に説明するが、本発明はこれに限定されるものではない。なお、面内のレターデーション値は、セナルモンコンペンセーターを装備した偏光顕微鏡を用いて、フィルム面と光学系が垂直となるようにして求めた。また、厚み方向のレターデーション値は、以下の式に従って求めた。

$$\text{厚み方向のレターデーション値} = ((n_x + n_y) / 2 - n_z) \times d$$

（但し、 n_x はフィルム面内の最大屈折率、 n_y はフィルム面内で n_x の垂直方向の屈折率、 n_z はフィルム厚み方向の屈折率、 d はフィルム厚みを示す。）本発明の

7

位相差フィルム1枚または2枚以上と無機層状化合物層からなる位相差フィルム1枚または2枚以上とを積層した積層位相差フィルムは、その全体を一層の位相差フィルムとみて、上記と同様にして、面内のレターデーション値及び厚み方向のレターデーション値を求めた。

【0022】実施例1

溶剤キャスト法により、ポリカーボネート ($T_g: 148^\circ\text{C}$) の連続フィルム (厚さ $140\mu\text{m}$) を作製した。このフィルムを、予熱部が3m、延伸部が6m、熱処理部が3mであるテンター内に導入し、予熱処理 (温度 220°C 、20秒間)、フィルムの進行方向と直交する方向への横一軸延伸処理 (変形速度 $200\%/分$ 、延伸温度 207°C 、延伸倍率2.2倍) 及び熱処理 (温度 180°C 、20秒間、延伸軸方向の収縮率0%) を連続的に行った。得られた位相差フィルムの厚みは $58\mu\text{m}$ 、面内のレターデーション値は 101nm 、厚み方向のレターデーション値は 143nm であり、(面内のレターデーション値) / (厚み方向のレターデーション値) の比は0.706であった。

【0023】実施例2

溶剤キャスト法により、ポリカーボネート ($T_g: 148^\circ\text{C}$) の連続フィルム (厚さ $140\mu\text{m}$) を作製した。このフィルムを、実施例1で用いたのと同様のテンター内に導入し、予熱処理 (温度 220°C 、20秒間)、フィルムの進行方向と直交する方向への横一軸延伸処理 (変形速度 $233\%/分$ 、延伸温度 200°C 、延伸倍率2.4倍) 及び熱処理 (温度 180°C 、20秒間、延伸軸方向の収縮率8.3%) を連続して施した。得られた位相差フィルムの厚みは $60\mu\text{m}$ 、面内のレターデーション値は 117nm 、厚み方向のレターデーション値は 159nm であり、(面内のレターデーション値) / (厚み方向のレターデーション値) の比は0.736であった。

【0024】実施例3

溶剤キャスト法により、ポリカーボネート ($T_g: 148^\circ\text{C}$) の連続フィルム (厚さ $185\mu\text{m}$) を作製した。このフィルムを、実施例1で用いたのと同様のテンター内に導入し、予熱処理 (温度 220°C 、10秒間)、フィルムの進行方向と直交する方向への横一軸延伸処理 (変形速度 $467\%/分$ 、延伸温度 208°C 、延伸倍率2.4倍) 及び熱処理 (温度 200°C 、10秒間、延伸軸方向の収縮率0%) を連続して施した。得られた位相差フィルムの厚みは $70\mu\text{m}$ 、面内のレターデーション

8

値は 119nm 、厚み方向のレターデーション値は 143nm であり、(面内のレターデーション値) / (厚み方向のレターデーション値) の比は0.832であった。

【0025】実施例4

厚み $80\mu\text{m}$ のトリアセチルセルロースフィルム (富士写真フィルム株式会社製: フジタック) の表面をケン化処理したフィルムの上に、合成ヘクトライト (Laporte社製: ラボナイトXLS) の5%水分散液とポリビニルアルコール (クラレ株式会社製: ポバール103、ケン化度98.5%、重合度300) の2.5%水溶液とを3:7 (体積比) で混合して得られた水分散液を、乾燥後の膜厚が $23\mu\text{m}$ になるように成膜し、トリアセチルセルロースフィルム上に無機層状化合物層が形成された無機層状化合物層からなる位相差フィルム (以下、フィルムA) を得た。フィルムAの面内のレターデーション値は 8nm であり、厚み方向のレターデーション値は 370nm であった。またフィルムAの厚みは $103\mu\text{m}$ であった。

【0026】2枚のフィルムAを遅相軸が互いに平行になるようアクリル系粘着剤により積層し、実施例2と同様にして作製した位相差フィルムを、その遅相軸がフィルムAの遅相軸と直交するようにアクリル系粘着剤により貼合して、積層位相差フィルムを得た。積層位相差フィルムの厚みは $316\mu\text{m}$ 、面内のレターデーション値は 105nm 、厚み方向のレターデーション値は 1012nm であり、(面内のレターデーション値) / (厚み方向のレターデーション値) の比は0.104であった。

【0027】実施例5

乾燥後の膜厚を $16\mu\text{m}$ とした以外は、実施例4と同様にして、無機層状化合物層からなる位相差フィルム (以下、フィルムB) を得た。フィルムBの面内のレターデーション値は 10nm であり、厚み方向のレターデーション値は 305nm であった。またフィルムBの厚みは $96\mu\text{m}$ であった。実施例2と同様にして作製した位相差フィルムを、その遅相軸がフィルムBの遅相軸に対して直交するようにアクリル系粘着剤により貼合して、積層位相差フィルムを得た。積層位相差フィルムの厚みは $211\mu\text{m}$ 、面内のレターデーション値は 110nm 、厚み方向のレターデーション値は 545nm であり、(面内のレターデーション値) / (厚み方向のレターデーション値) の比は0.202であった。